

Docket No.: 278285US0PCT

**IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE**

IN RE APPLICATION OF:

GROUP: 2826

Makoto ISHIDA, et al.

SERIAL NO: 10/549,364

EXAMINER: Quinto, Kevin V.

FILED: July 17, 2006

FOR: ULTRASONIC SENSOR COMPRISING A  
METAL/FERROELECTRIC/METAL/INSULATOR/SEMICONDUCTOR  
STRUCTURE

**DECLARATION UNDER 37 C.F.R. § 1.131**

COMMISSIONER FOR PATENTS  
ALEXANDRIA, VIRGINIA 22313

Sir:

Now comes Keisuke HIRABAYASHI who deposes and states that:

1. I am an inventor of claims 6, 7 and 12-15 of the patent application identified above and an inventor of the subject matter described and claimed therein.

2. Prior to December 27, 2002, I had completed my invention as described and claimed in the above-identified application in Japan, a WTO country, as evidenced by the attached documents which are reports made during meetings which occurred at the University of TOYOHASHI UNIVERSITY OF TECHNOLOGY, prior to December 27, 2002. The reports are presented in chronological order:

a) Document 1 is meeting report where I proposed an ultrasonic sensor as shown in Fig. 1, which included an epitaxially grown  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> film to control the orientation of a Pt film and an oriented PZT film on the Pt film. The initial attempts to form such a structure were not successful and plans for future experiments described.

b) Document 2 is a subsequent report made four days after the report of Document 1, which describes functional problems of the heating device for growing the films and suggesting appropriate modification to obtain the temperatures believed necessary for film growth.

Application Serial No. 10/549,364  
Attorney Docket No. 278285US0PCT

c) Document 3 reports successful modification of the heating unit and in Sample No. 49, successful formation of a Pt(100) film on  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (100) film is reported.

d) Document 4 is a program of a research report meeting and lists my name as a presenter of a research report.

e) Document 5 is a summary of the report which I presented. The report further describes the successful deposition of an epitaxial Pt (001) film deposited on a  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  (001)/Si(001) substrate as reported in document 3.

Each of the dates deleted from the documents is prior to December 27, 2002.

3. The undersigned petitioner declares further that all statements made herein of his own knowledge are true and that all statements made on information and belief are believed to be true; and further that these statements were made with the knowledge that willful false statements and the like so made are punishable by fine or imprisonment, or both, under Section 1001 of Title 18 of the United States Code and that such willful false statements may jeopardize the validity of this application or any patent issuing thereon.

4. Further deponent saith not.

Customer Number

**22850**

Tel. (703) 413-3000  
Fax. (703) 413-2220  
(OSMMN 05/06)

Signature

Date

Keisuke Hirabayashi

January 6, 2009

### English Translation of the Original Documents

\* Please note that figures and pictures are shown more clearly in the original documents.

ICG meeting document

B4 Keisuke HIRABAYASHI

#### Study on epitaxial growth of Pt thin films on epitaxial $\text{Al}_2\text{O}_3(100)$

### 1. INTRODUCTION

Recently ferroelectric materials such as  $\text{Pb}(\text{Zr,Ti})\text{O}_3$  (PZT) which have superior piezoelectric properties have been widely used as an ultrasonic sensor. Ultrasonic sensors used as such as a liquid level gauge, a flowmeter, a viscosity meter, a fishfinder are composed of piezoelectric ceramics to which a horn and a sound absorbing material are attached mechanically. Therefore, it is difficult to integrate ultrasonic sensors with circuits and the device becomes bulky. However, ultrasonic sensors are required to be miniaturized, arrayed, highly sensitive and easy to be connected to microcomputers in order to provide increased performance, for example, measurements of organs in a human body, measurements in a foggy environment or in turbid water, which are unachievable by optical sensors, detection of foreign substances in a body after a surgical operation, and three dimensional measurements by using arrayed sensors.

As a miniaturized and highly sensitive sensor, we have proposed an ultrasonic sensor using thin films as shown in Fig. 1, wherein a cantilever is provided on a Si substrate in parallel with the substrate. By using Si as a substrate, a sensor part can be integrated with a circuit.



Fig. 1 Structure of an ultrasonic sensor using thin films

### 2. Purpose of Study

PZT used as a ferroelectric film in our ultrasonic sensor has a perovskite structure as shown in Fig. 2. In the perovskite structure, shifts of Zr/Ti in the c-axis direction cause polarization. Therefore, PZT exhibits the strongest ferroelectricity when it is c-axis oriented. In order to align the orientation of PZT in the structure shown in Fig. 1, crystallinity of an oxide film and a Pt film which act as substrates of a PZT film is important.

In this study, we propose to use an epitaxially grown  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  film as an oxide film in the sensor. We expect to control the orientation of a Pt film on an  $\text{Al}_2\text{O}_3$  film and form an orientated PZT film on the Pt film. It has been reported that a (100)-oriented Pt thin film 200 nm thick was

able to grow at 600 °C on an MgO (100) substrate which has the same spinel structure as  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. The aim of the present study is to grow a (100)- oriented Pt film on a  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (100) film and obtain an oriented PZT film.

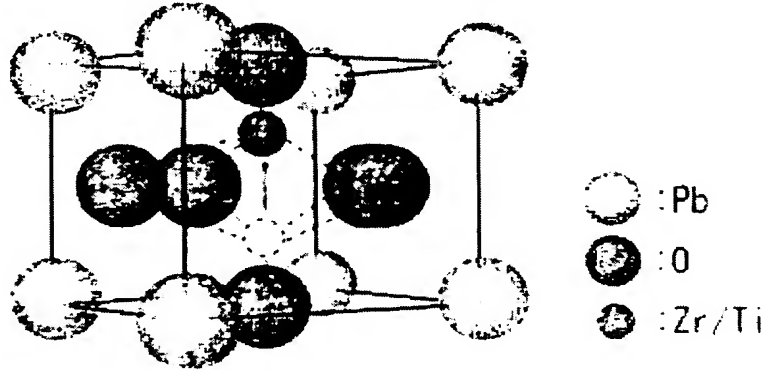


Fig. 2 Perovskite structure  $[\text{Pb}(\text{Zr}_x\text{Ti}_{1-x})\text{O}_3]$  (PZT)

### 3. Experimental Method

First of all, we prepared a handmade Ta heater for C3-CR. The structure of the heater is shown in Fig. 3.

We sputtered samples after substrate temperatures rose up to about 600 °C. The substrate temperatures were measured with a thermocouple placed adjacent thereto and controlled by adjusting voltage (current) of the heater by SLIDAC.

We used the following samples as substrates;  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (100) and  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (111) grown on Si by the CVD method, R face of sapphire, and MgO (100).

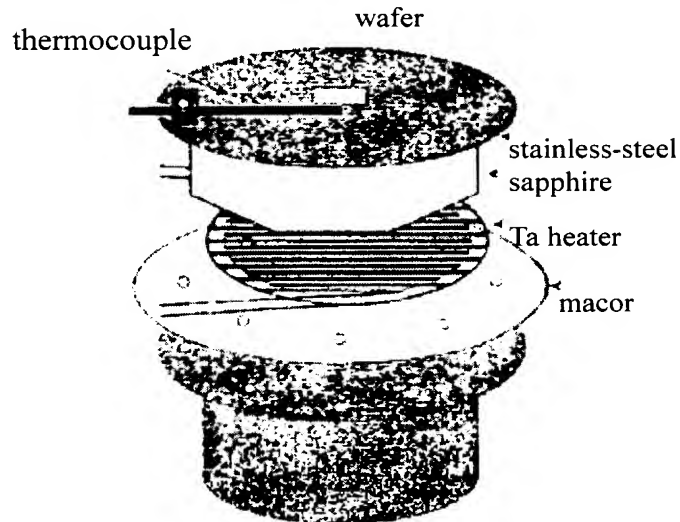


Fig. 3 Heater structure

#### 4. Experimental Results

Table 1 shows substrates and sputtering conditions of the present experiment.

Table 1 Substrates and sputtering conditions

Sample No.	Structure	Sputtering Temperature (°C)	Sputtering Time(min)	RF Power (W)	Thickness of Pt film (Å)
25	Pt/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (111)/Si(111)	620	7	25	875 (estimated)
26	Pt/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (100)/Si(100)	600	7	25	875 (estimated)
27	Pt/sapphire(R)	600	7	25	875 (estimated)
28	Pt/MgO(100)	600	7	25	875 (estimated)
33	Pt/MgO(100)	615	30	20	200
34	Pt/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (100)/Si(100)				200
35	Pt/sapphire(R)				200

Fig.4 shows X-ray diffraction (XDR) patters of samples No. 25 to 28.

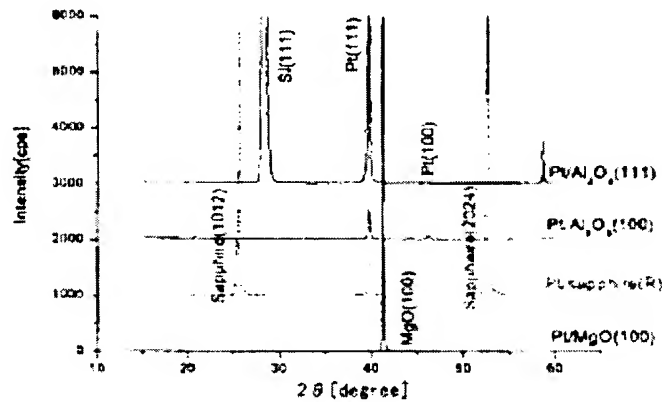


Fig 4 XRD patterns of samples No. 25 to 28

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (111) : Pt was polycrystalline because a strong Pt(111) peak and a weak Pt(100) peak were observed.

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (100): A strong Pt(111) peak and a weak Pt(100) were observed as in the case when substrate temperature is not raised.

sapphire(R): Only a Pt(111) peak was observed.

MgO(100): Only a very small Pt(111) was observed.

Although we expected that Pt grown on sapphire(R) and MgO (100) might be single crystalline, measurements by a reflection high-energy electron diffraction (RHEED) showed ring patterns. We thought of the following reasons why Pt films were not epitaxially grown:

- (1) Substrate temperatures were too low.
- (2) The growth rate was too high.

With regard to reason (1), the maximum substrate temperature obtainable by the present heater is limited to 600°C.

With regard to reason (2), the growth rate was as high as about 125 Å/min, because sputtering was conducted at RF power of 25W in accordance with the operation manual. Then, in order to reduce the growth rate, we sputtered samples No.33 to 35 at RF power of 20W, by which we expected to obtain a reduced growth rate of 6.7 Å/min.

Fig. 5 shows XRD patterns of samples No.33 to 35. XRD patterns of Pt/sapphire(R) and Pt/MgO (100) showed Pt (111) peaks. XRD pattern of Pt/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (100) showed Pt (111) peak and Pt (100) peak. Next, we measured RHEED pattern of each sample.

Fig. 6 shows RHEED pattern of Pt on sapphire (R). It seems that Pt was (111)-oriented on sapphire. RHEED patterns of other samples also showed ring patterns with faint spots.

From these results, it seems that crystallinity of Pt was improved by reducing the growth rate.

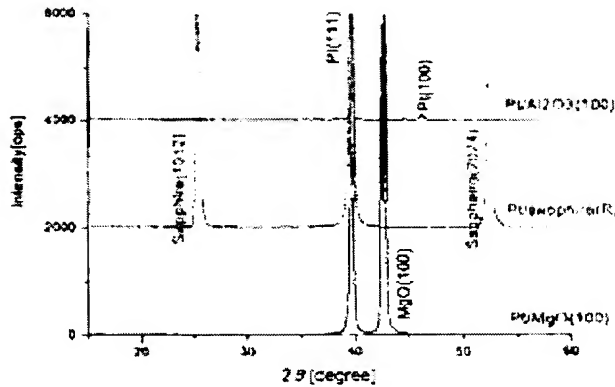


Fig. 5 XRD patterns of samples No. 33 to 35

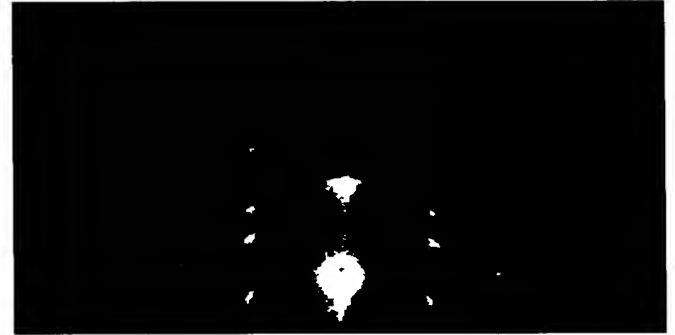


Fig. 6 RHEED pattern of Pt/sapphire (R)

## 5. Future Study

We will conduct further experiments of epitaxial growth of Pt on  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> under the following conditions;

- (1) Improve the sputtering heater and carry out sputtering at higher temperatures.
- (2) Observe crystallinity changes at various growth rates.
- (3) Control temperatures of the sputtering heater by a thyristor.

エピタキシャル $\text{Al}_2\text{O}_3(100)$ 上のPt薄膜エピタキシャル成長に関する研究

## 1. はじめに

現在、圧電性に優れている  $\text{Pb}(\text{Zr,Ti})\text{O}_3$  (PZT) などの強誘電体が超音波センサとして広く応用されている。液面計、流量計、粘度計、魚群探知機などに使用される超音波センサは、主に圧電性セラミックスにホーンや吸音材を機械的に取り付けた素子である。そのため、超音波センサと信号増幅部を一体化することが難しくかつ大型となる。しかし、『光学センサでは実現の難しい人体内の臓器や霧中、濁水中での計測』、『手術後の体内異物検知等の分野への応用』、『センサのアレイ化による三次元計測』などを実現するためには、小型化、アレイ化、高感度化、マイクロコンピュータとの接続の簡易化が必要である。

小型・高感度センサとして、図1のようなカンチレバーをSi基板上に並列にもうけた薄膜超音波センサが提案されている。この構造は基板にSiを使用するためセンサ部と信号部を一体化したセンサを製作することができる。



図1 薄膜超音波センサの構造

## 2. 研究目的

薄膜超音波センサにおいて強誘電体膜として使用するPZTは図2のようなペロブスカイト構造を持っている。ペロブスカイト構造は中心のZr,Tiがc軸方向に移動することにより分極が生じるので、c軸配向させることで最も強い強誘電性を示す。図1の構造においてPZTの配向を揃えるためには、基板となる酸化膜及びPtの膜質が重要になってくる。そこで、本研究ではセンサの酸化膜部分にエピタキシャル成長させた $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ の使用を提案する。これにより $\text{Al}_2\text{O}_3$ 上のPtの配向制御、さらにはその上に配向したPZT膜の形成が期待できる。 $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ と同様のスピネル構造を持った $\text{MgO}(100)$ 基板上にPt薄膜(200nm)を600℃で成長させたところ、(100)配向に成長したという報告がある。本研究では $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3(100)$ 上に(100)配向のPtを成長させPZTの配向を得ることを目的とする。

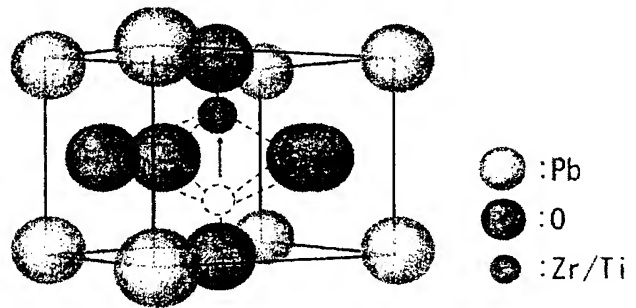
ペロブスカイト構造  $[\text{Pb}(\text{Zr}_x\text{Ti}_{1-x})\text{O}_3]$  (PZT)

図2 ペロブスカイト構造

## 3. 実験方法

初めに、C3-CR用のタンタルヒーターを作製した。ヒーターの構造を図3に示す。

サンプルの基板温度を約600℃まで上昇させたのちスパッタを行った。焼温は、サンプルのそばにおいた熱電対で温度を確認しながらスライダックでヒーターの電圧（電流）を調節した。

サンプルは、Si上にCVD法によって成長を行った $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3(100)$ 、(111)、sapphireのR面、Ptのエピタキシャル成長が確認されている $\text{MgO}(100)$ を使用した。

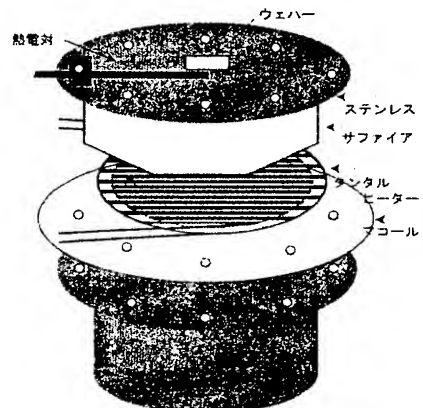


図3 ヒーターの構造

## 4. 実験結果

表 1 に、使用基板およびスパッタ条件を示す。

表 1 使用基板およびスパッタ条件

Sample No.	構造	スパッタ温度[℃]	スパッタ時間[min]	入力電力[W]	Pt膜厚[Å]
25	Pt/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (111)/Si(111)	620	7	25	875(予想)
26	Pt/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (100)/Si(100)	600	7	25	875(予想)
27	Pt/sappR	600	7	25	875(予想)
28	Pt/MgO(100)	600	7	25	875(予想)
33	Pt/MgO(100)	615	30	20	200
34	Pt/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (100)/Si(100)				200
35	Pt/sappR				200

No25 ~ 28 のサンプルについて、X 線回折装置により解析した結果を図 4 に示す。

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(111) : Pt (111)のピークが強く出たが Pt (100)のピークも見えたため多結晶である。

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(100) : 基板温度を上げてないときと同様に、Pt (111)が強く Pt (100)が弱い。

sapphire (R) : Pt (111)のピークのみが観測された。

MgO (100) : 非常に小さい Pt (111)のピークのみが観測された。

Pt/sapphire (R)、Pt/MgO (100)は単結晶の可能性もあると考え、RHEED による測定を行ったが、ring パターンが得られた。

Pt がエピタキシャル成長しなかった理由として、次の 2 つの項目を考えた。

- ① 基板の温度が低い
- ② 成長レートが早い

①の基板温度は、現在のヒーターでは 600℃での成長成長が限界である。

②の成長レートは、マニュアルにある 25W でスパッタを行っていたため、約 125 Å/min もあった。そこで、成長レートを下げるために 20W (6.7 Å/min) でスパッタを行った。

No.33 ~ 35 のサンプルについての XRD を図 5 に示す。Pt/sapphire (R) 及び Pt/MgO (100) は、Pt (111) ピークのみが観測された。Pt/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (100) は Pt (111), Pt (100) 両方のピークが観測された。次に、それぞれのサンプルについて RHEED を計測した。図 6 に Pt/sapphire (R) の RHEED パターンを示す。これより、Pt/sapphire は (111) に配向していると考えられる。他のサンプルについてもスポットがかつた ring が得られた。以上のことから、成長レートを下げるにより Pt の結晶性が改善されたと考えられる。

## 5. 今後の予定

γ-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 上での Pt エピタキシャル成長の条件だし

- ① スパッタヒーターを改良し、より高い温度でのスパッタを行う。
- ② 成長レートによる結晶性の変化を調べる。
- ③ スパッタヒーターの温度制御をサイリスタによって行えるようにする。

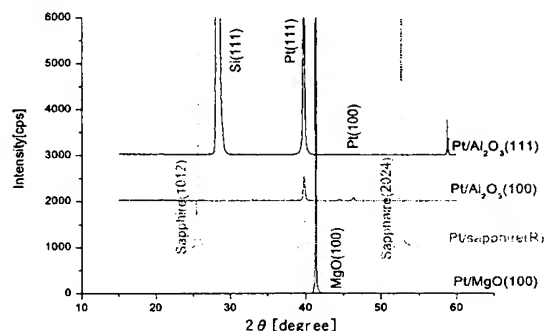


図 4 No25 ~ 28 の XRD パターン



図 6 Pt/sapphire (R) の RHEED

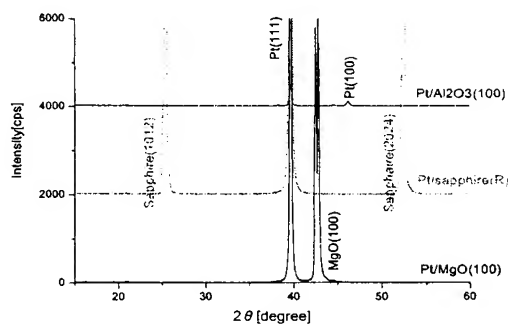


図 5 No.33 ~ 35 の XRD パターン



Crystal meeting document

B4 HIRABAYASHI and M1 Yokawa

Study on epitaxial growth of Pt thin films on epitaxial  $\text{Al}_2\text{O}_3(100)$

1. Summary of the report presented at the ICG meeting on 28 October 2008 (Monday)

Pt films were (111)-oriented on MgO (100) substrate and sapphire(R) substrate at the substrate temperature of 600 °C, RF power of 20W, and the growth rate of 6.7 Å/min.

[A problem in the previous experiment]

There were temperature differences between actual surface temperatures of samples and the measured temperatures because the thermocouple was placed on the stainless-steel.

2. Present Experiments

2-1. Experimental Method

We conducted experiments by placing the thermocouple on a dummy sapphire substrate which was put on the stainless-steel. We raised sample temperature in the same manner as the previous experiment and sputtered the sample for 15 minutes at the surface temperature of 600°C and RF power of 20W.

2-2. Experimental Results

By comparing with temperature changes at various RF powers obtained from previous experiments, we found out that the difference between the actual surface temperature and the measured temperature was about 100°C.

The heater was cooled down for about 40 minutes after the sputtering. Then we opened the chamber and found out that the shutter, the periphery of the macor and screws appeared bluish black. By disassembling the heater soon thereafter, we also found out that the macor, the Ta heater and the sapphire were stuck with each other as shown in Fig.1.

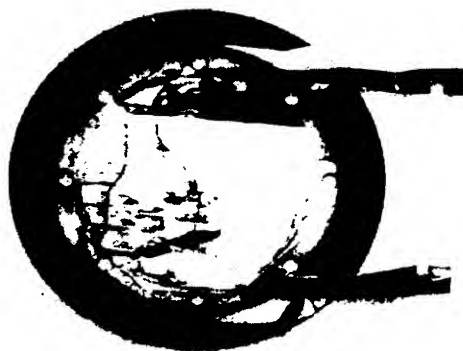


Fig. 1 Photograph of the heater

### 2-3. Consideration of the cause

Each of sapphire and tantalum has a high melting point; the melting point of sapphire is approximately 2053 °C, the melting point of tantalum is approximately 2996 °C. Therefore, we consider that fusion bonding between the sapphire and the Ta heater was caused by the eutectic reaction therebetween. Although we have not confirmed the eutectic temperature of sapphire and tantalum, it is presumable that the temperature of the Ta heater increased up to a significantly high temperature.

We considered the reason why heat did not transmit from the heater to samples by examining construction materials and structure of the heater.

Firstly, if the thermal conductivities and emissivities of the sapphire and the stainless-steel are not high enough, heat cannot transmit to samples. The thermal conductivity of sapphire has temperature dependence as shown in Fig. 2 and is about 10 W/m · K at 700 °C. The emissivity of sapphire is 0.02. The thermal conductivity and the emissivity of stainless-steel are 20 W/m · K and 0.04, respectively. Although the thermal conductivity of sapphire at high temperature is a little bit low, both materials show acceptable values.

Secondly, the thermal conductivity of macor is 1.67 W/m · K and appropriate for the material beneath the Ta heater.

Thirdly, the basic structure of the heater, i.e. a sample is disposed on a conductor, a conductor is disposed on upper insulator, an upper insulator is disposed on a Ta heater and a Ta heater is disposed on a lower insulator, cannot be changed. Therefore, we will consider to dispose a reflector plate beneath the lower insulator as a modification in the next stage.

We considered that the tarnish inside the chamber could result from sputtering of other materials or melting of Pt due to heat. We will examine these possible causes along with evaluation of samples.

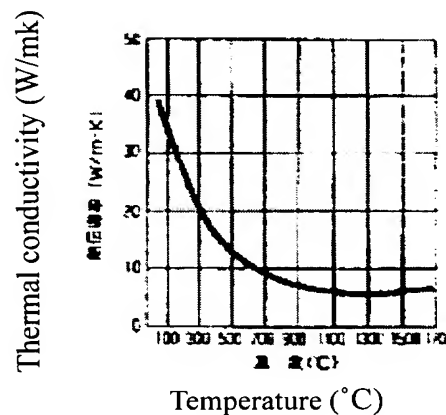


Fig. 2 Thermal conductivity of sapphire

(\*<http://www.cosmotec-co.jp/seihin/kyosera/kyosera-tan.htm> by COSMOTEC corporation)

### 3. Evaluation of Samples

Table 1 shows substrates and sputtering conditions of the present experiments.

Table 1 Substrate and sputtering conditions

Sample No.	Structure	Vacuum Pressure (torr)	Sputtering Temperature (°C)	Sputtering Time (min)	RF Power(W)	Thickness of Pt film (Å)
36	Pt/MgO(100)	$6 \times 10^{-7}$	600	15	20	100
37	Pt/sapphire(R)	$6 \times 10^{-7}$	600	15	20	100

Both RHEED patterns of sample No.36 and No.37 showed ring patterns.

Fig. 3 shows XRD patterns of both samples.

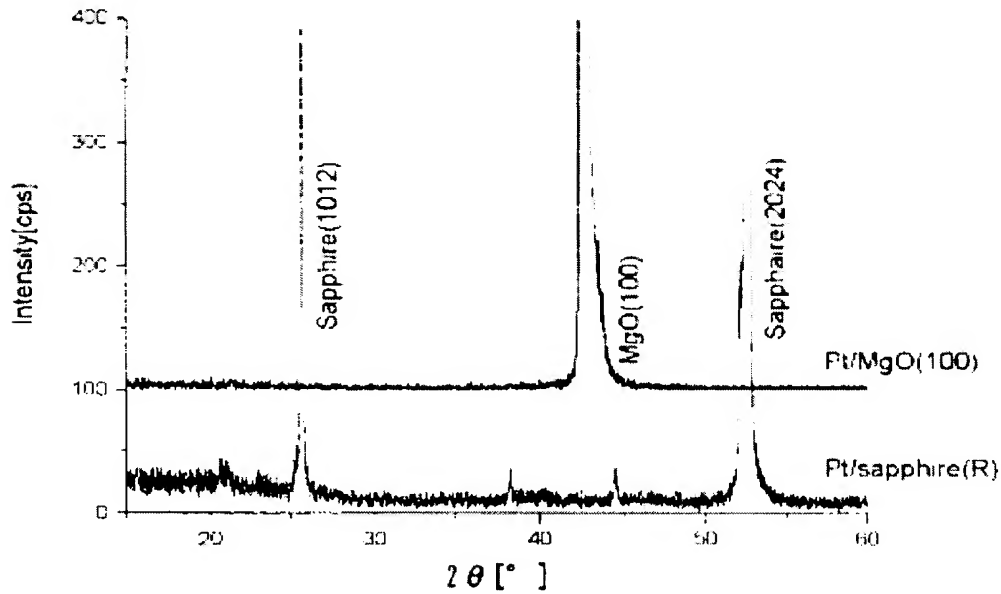


Fig.3 XRD patterns

XRD pattern of sample No.36 showed an MgO (100) peak only. XRD pattern of sample No.37 showed two peaks at  $38.3^\circ$  and  $44.5^\circ$ . But these peaks differ from Pt peak. From these results, it is likely that sputtering of a material other than Pt caused the tarnish inside the chamber. The chamber includes such as copper and stainless-steel (iron, chromium, and nickel). Study of peaks of these materials showed that Fe, Cr, and Ni had peaks at near  $44.5^\circ$ . Therefore, we think that the stainless-steel which was located near the sample was sputtered due to high temperature of the heater.

#### 4. Future Study

From the experiments described above, it seems that we should modify the structure of the heater so as to epitaxially grow Pt films at  $600^\circ\text{C}$ . We will improve the heater first and then continue to study epitaxial growth of Pt films at  $600^\circ\text{C}$ .

[Suggestion for a heater structure]

Fig. 4 shows our proposed heater structure. A substrate wafer with a  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  layer on the top surface is placed on the heater. This wafer can act as an oxide film as well as a heat conductor. We expect that the thermal conductivity of the wafer will be fairly good.



エピタキシャル $\text{Al}_2\text{O}_3(100)$ 上のPt薄膜エピタキシャル成長に関する研究1.ICG meeting(10/28,mon)での報告

基板の温度を  $600^\circ\text{C}$ 、スパッタ電力  $20\text{W}$  (成長レート:  $6.7 \text{ \AA}/\text{min}$ ) での成長を行ったところ  $\text{MgO}(100)$  及び  $\text{Sapphire}(\text{R})$  基板上に  $\text{Pt}(111)$  の配向を得た。

『前回の実験での問題点』

- ・ステンレス上に熱電対を置いていたため、計測された温度と実際のサンプルの表面温度との間に違いがあった。

2.今回の実験2-1 実験方法

ステンレス上にダミーの  $\text{Sapphire}$  を置き、その上に熱電対を置き実験を行った。

前回と同じ方法で昇温を行い、サンプルの表面温度を  $600^\circ\text{C}$  にしてスパッタを電力  $20\text{W}$  で  $15$  分間行った。

2-2 実験結果

これまでの電流による温度変化との比較から、ステンレス上とサンプルの表面温度には約  $100^\circ\text{C}$  の差があったことがわかった。

スパッタ終了後、 $40$  分程度のクーリングを行い、温度が十分下がったところでチャンバーを空けたところ、シャッター、マコールの外周部分、ねじなどが青色ががっていた。すぐにヒーターを分解したところ、fig.1 に示す様にマコール、タンタルヒーター、 $\text{Sapphire}$  がくっついていてた。

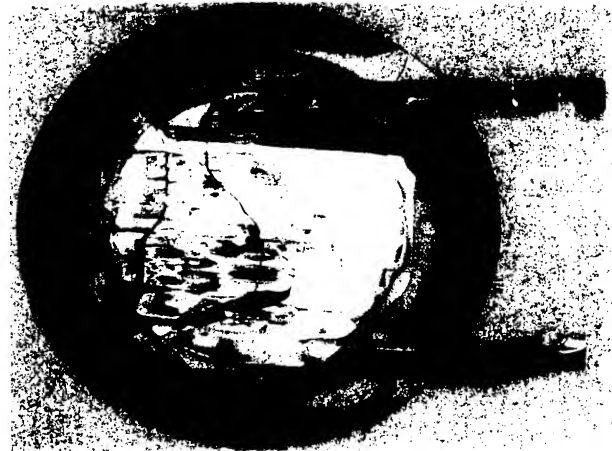


fig.1 ヒーターの写真

2-3 原因の考察

$\text{sapphire}$  の融点が約  $2053^\circ\text{C}$ 、タンタルの融点が約  $2996^\circ\text{C}$  と共にかなり高温なので、 $\text{sapphire}$  とタンタルヒーターが接着したのは、 $\text{sapphire}$  とタンタルの共晶が原因と考えられる。 $\text{sapphire}$  とタンタルの共晶温度は確認していないが、タンタルヒーターの温度は高くまであがっていたことになる。

ヒーターの熱が、サンプルに伝わらない原因を、ヒーターを構成する素材とヒーターの構造の面から考える。まず、タンタルヒーター上のサファイア、ステンレスの熱伝導率、輻射率が良くないとサンプルに熱が伝わらない。サファイアの熱伝導率は fig.2 のような温度依存性をもっており  $700^\circ\text{C}$  では約  $10\text{W}/\text{m}\cdot\text{K}$ 、輻射率は  $0.02$ 。ステンレスの熱伝導率は  $20\text{W}/\text{m}\cdot\text{K}$ 、輻射率は  $0.04$ 。サファイアの高温度での熱伝導率が少し気になるが、両素材ともそれほど悪い値ではない。また、タンタルヒーターの下にあるマコールは熱伝導率

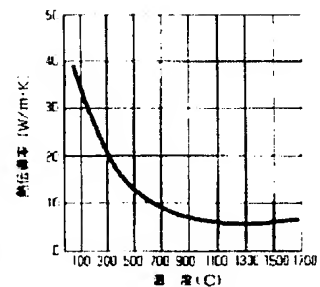


fig.2 サファイアの熱伝導率\*

$1.67\text{W}/\text{m}\cdot\text{K}$  と下にひく素材としては適切であると思われる。ヒーターの構造は現在の所サンプル/導体/絶縁物/ヒーター/絶縁物という形が崩せないため、下の絶縁物の下部に反射板となるようなものを入れる事を検討したい。

チャンバー内が青黒く変色した原因として、①他の物質がスパッタされた。②  $\text{Pt}$  が熱によって焼けた。が考えられる。

原因をサンプルの評価をふまえて考える。

### 3. サンプルの評価

table. 1 に使用基板、スパッタ条件を示す。

table. 1 使用基板及びスパッタ条件

Sample No.	構造	真空度[torr]	スパッタ温度[°C]	スパッタ時間[min]	スパッタ電力[W]	膜厚[Å]
36	Pt/MgO(100)	$6 \times 10^{-7}$	600	15	20	100
37	Pt/sapp(R面)					100

No36,37 を RHEED により測定したところ共に ring が確認された。

fig.3 に X 線回折装置での測定結果を示す。

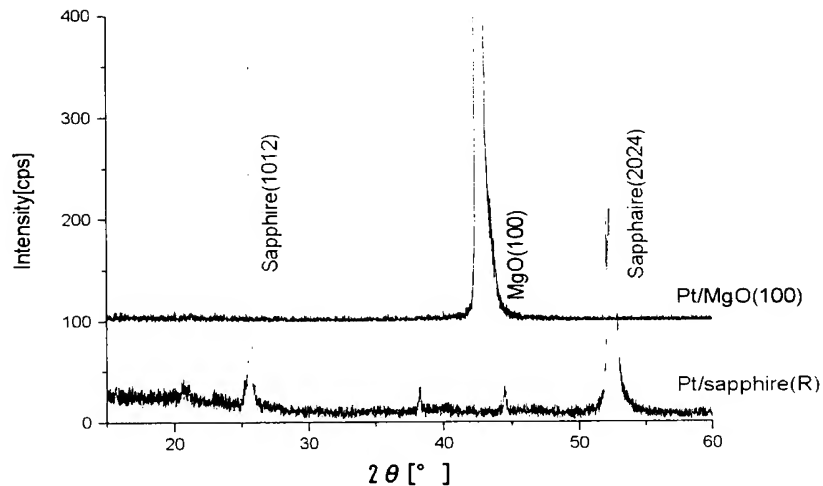


fig.3 XRD 測定結果

MgO は MgO(100) のピークしか観測できなかった。sapphire は 38.3° と 44.5° にピークを観測した。しかし、いずれも Pt のピークとは異なるものである。よって、チャンバー内が青黒く変色したのは、Pt 以外の物質がスパッタされた可能性が高い。チャンバー内に含まれる物質として、銅、ステンレス（鉄、クロム、ニッケル）が考えられる。それらの物質と今回のピークを照らし合わせたところ、Fe、Cr、Ni が 44.5° 付近にピークを持っていた。このことから、ヒーターの高さによりターゲットに近くなっていたステンレスがスパッタされたと考える。

### 4. 今後の予定

以上より、ヒーターの構造を変えなければ 600 °C での成長は出来ないと考える。

そこで、ヒーターの構造を考え直した後 600 °C で成長を行う予定である。

#### 【ヒーターの提案】

構造を fig.4 に示す。

ヒーター上部に  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> をつけたウェハーを乗せる。このウェハー 1 枚で酸化膜と導体の役目を果たせる。さらに、熱伝導率はかなり良いと考えられる。



fig.4 ヒーター構造

※ fig.2 サファイア温度依存性：コスモテック株式会社

( <http://www.cosmotec-co.jp/seihin/kyosera/kyosera-tan.htm> )

Crystal meeting document

Study on epitaxial growth of Pt thin films on epitaxial  $\text{Al}_2\text{O}_3(100)$

1. Summary of the report presented at the ICG meeting on 1 November 2008 (Fri)

Pt films were (111)-oriented on MgO (100) substrate and sapphire(R) substrate at the substrate temperature of 600 °C, RF power of 20W, and the growth rate of 6.7 Å/min.

[Problems in the previous experiments]

- There were temperature differences between actual surface temperatures of samples and the measured temperatures because the thermocouple was placed on the stainless-steel (Actual growth temperature was about 500 °C).
- The heater degraded rapidly and broke down due to high current application.

2. Present Experiments

2.1. Heater and Sample

[Heater]

The previous heater degraded rapidly and SLIDAC was overloaded because we applied a current as high as 14A to the Ta heater.

Therefore, in order to raise substrate temperatures up to 600°C at 9A or less, at which the heater starts to degrade, we provided holes on the stainless-steel plate so as to place samples directly on the sapphire located on the heater, as shown in Fig.1.

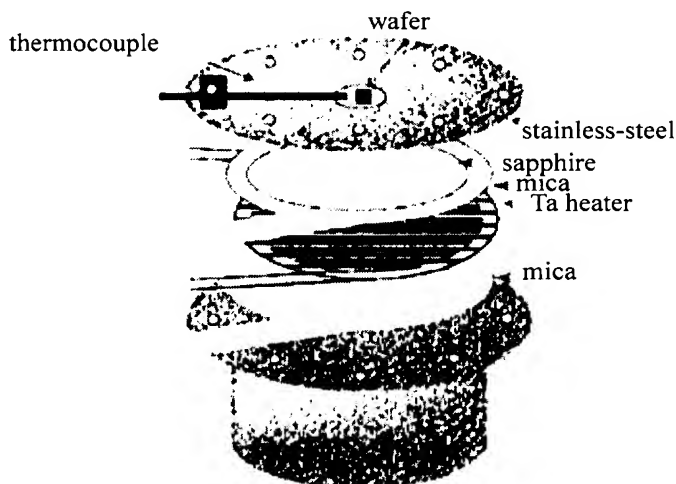


Fig. 1 Structure of the heater

[Sample]

We used sapphire(R) and  $\text{Al}_2\text{O}_3(100)$  epitaxially grown on Si(100) by the CVD method as

substrates to sputter and grow Pt films on.

- $\text{Al}_2\text{O}_3$  (100)/Si (100) substrate data

Sample No. 020122a

Si p (100) substrate is 2 inches thick.  $\text{Al}_2\text{O}_3$  film is 145 Å thick.

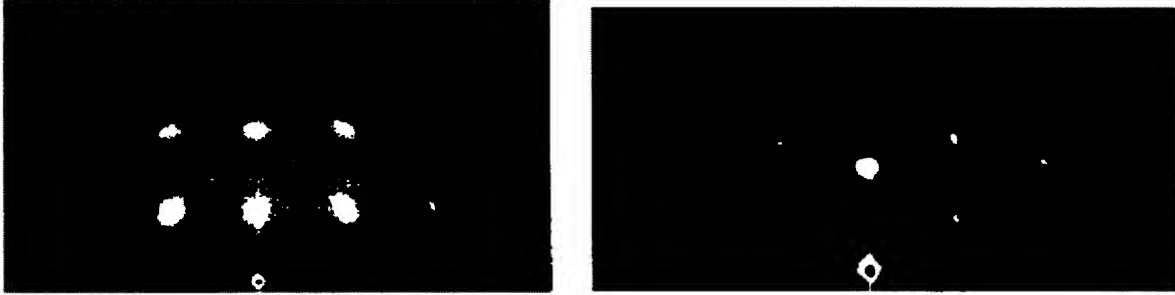


Fig. 2 RHEED patterns

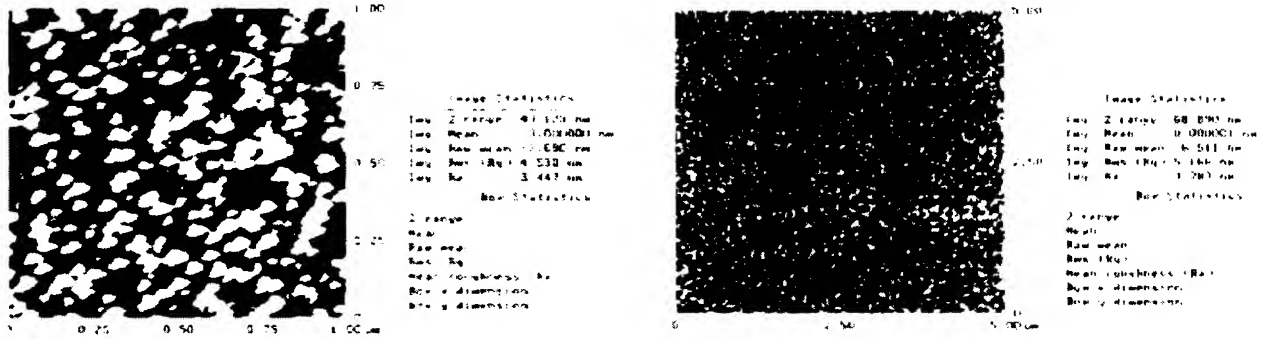


Fig. 3 AFM

## 2-2. Sputtering Conditions

Table 1 shows sputtering conditions of the present experiment.

Table 1 Sputtering conditions

Sample No.	Substrate	Growth Temperature	RF Power	Sputtering Time	Film Thickness
47	$\text{Al}_2\text{O}_3(100)/\text{Si}(100)$	560 °C	22 W	20 min	200 Å
49	$\text{Al}_2\text{O}_3(100)/\text{Si}(100)$	600 °C	22 W	20 min	200 Å
50	sapphire (R)	600 °C	22 W	20 min	200 Å
51	$\text{Al}_2\text{O}_3(100)/\text{Si}(100)$	610 °C	22 W	20 min	200 Å
53	$\text{Al}_2\text{O}_3(100)/\text{Si}(100)$	600 °C	22 W	60 min	600 Å



## 2-3. Experimental Results

Fig. 4 shows XRD patterns of the samples. Fig. 5, Fig. 6 and Fig. 7 show RHEED patterns of sample 49, 50 and 51, respectively.

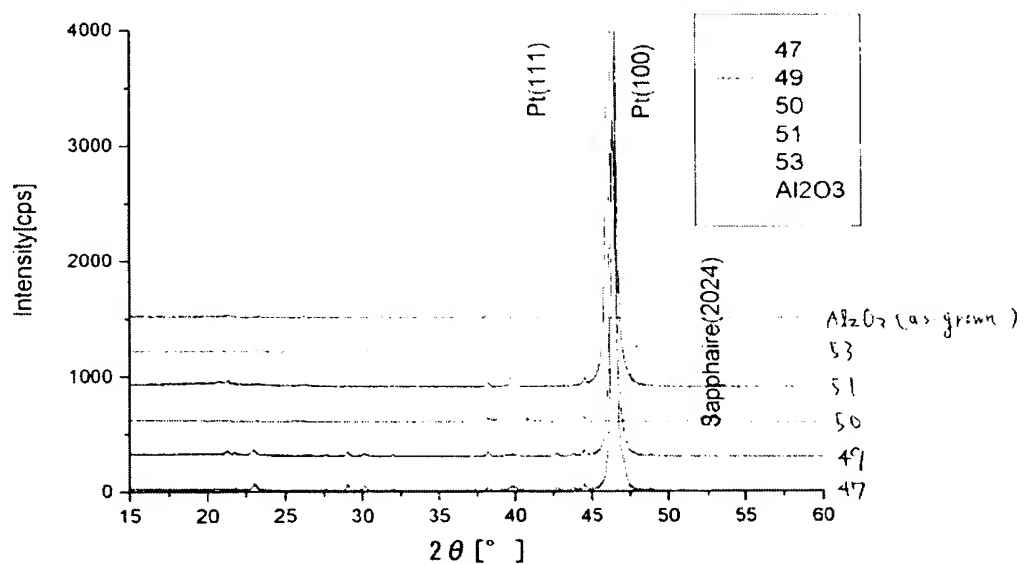


Fig. 4 XRD patterns



Fig. 5 RHEED patterns of sample No.49

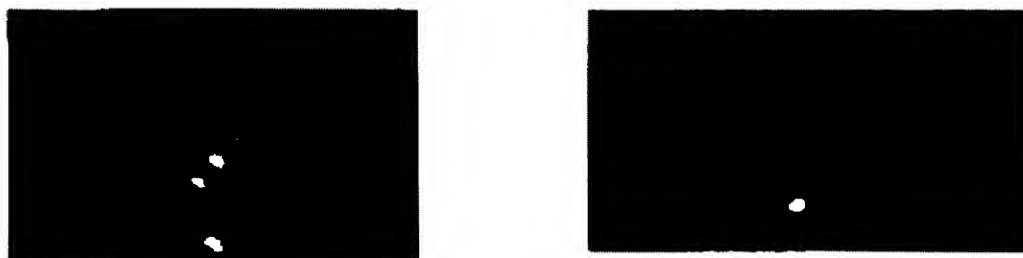


Fig.6 RHEED patterns of sample No.50

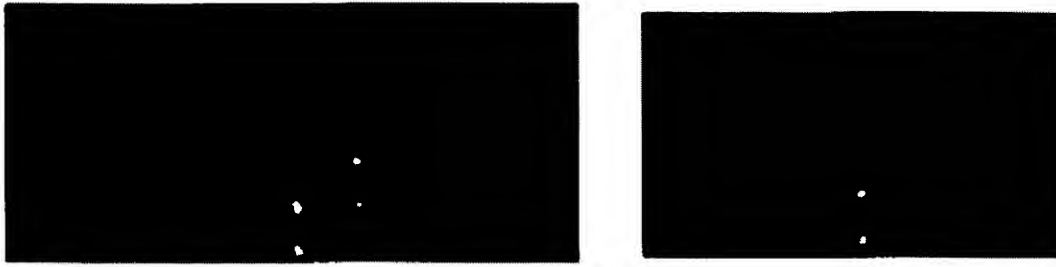


Fig. 7 RHEED patterns of sample No. 51

### 3. Considerations

- Sample No. 47

Not only a strong Pt(100) but also a Pt(111) peak were observed. This result suggests that Pt film was not epitaxially grown at 560°C.

- Sample No. 49

RHEED patterns showed near-perfect spot pattern and XRD pattern showed a strong Pt (100) peak only. These results suggest that Pt(100) can be epitaxially grown on Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (100) by sputtering at 600°C .

- Sample No. 50

Pt(111) can be epitaxially growth on sapphire(R) under the same condition as sample No. 49.

- Sample No. 51

Although sputtering condition was almost same as that of sample No.49, RHEED pattern showed a spot pattern accompanying a faint ring, and XRD pattern showed Pt (111) peak although its relative intensity was considerably low.

Plausible origins for the results are crystallinity of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, small differences in RF power, ultimate vacuum pressures and others. The most likely reason is crystallinity of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> used as a substrate. We will further study epitaxial growth of Pt on Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> with various crystallinity.

- Sample No .53

It was shown that that Pt(111) peak was observed under the condition that sputtering time was 60 minutes and Pt film became thicker. Since required film thickness is about 1000Å, evaluation of crystallinity of Pt is also important. We will conduct further experiments such as lowering RF power, increasing growth temperatures, in order to grow thicker Pt film with high crystallinity.

As some study have shown that PZT was c-axis oriented on Pt (100) film, piezoelectric effect can be expected from its spontaneous polarization without polarization process.

エピタキシャル $\text{Al}_2\text{O}_3(100)$ 上のPt薄膜エピタキシャル成長に関する研究

## 1. Crystal meeting(11/1.Fri)での報告

基板の温度を 600 °C、スパッタ電力 20W(成長レート:6.7 Å/min)での成長を行ったところ  $\text{MgO}(100)$  及び Sapphire(R) 基板上に Pt(111) の配向を得た。

『前回の実験での問題点』

- ・ステンレス上に熱電対を置いていたため、計測された温度と実際のサンプルの表面温度との間に違いがあった。(実際の成長温度は 500 °C 程度であった。)
- ・ヒーターに大電流を流すため、ヒーターがすぐに劣化し切れてしまう。

## 2. 今回の実験

## 2-1 ヒーター及びサンプル

『ヒーター』

これまでの構造では、タンタルで作製したヒーターに 14A もの電流を流していたため、ヒーターがすぐ劣化してしまうのに加え、スライダックにも負担がかかっていた。そこで、ヒーターが劣化する 9A 以下で 600 °C まで昇温できるように、fig. 1 のようにステンレス板に穴をあけて、ヒーター上のサファイアに直接サンプルをおけるようにした。

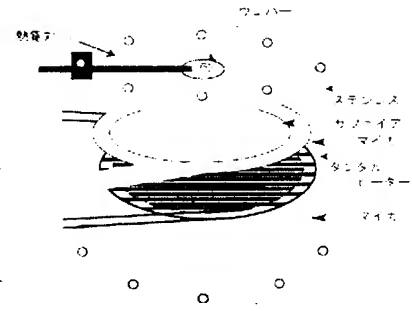


fig. 1 ヒーターの構造

『サンプル』

Pt のスパッタ行う基板として、Sapphire の R 面及び Si(100) 上に CVD 法によりエピタキシャル成長させた  $\text{Al}_2\text{O}_3(100)$  を用いた。

【 $\text{Al}_2\text{O}_3(100)/\text{Si}(100)$  基板 Data】 ～外間さん提供～

sample No. 020122a

Si p(100) 2 インチ基板

$\text{Al}_2\text{O}_3$  膜厚: 145 Å

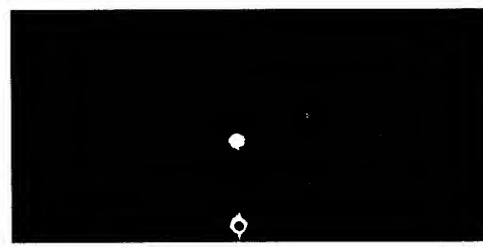
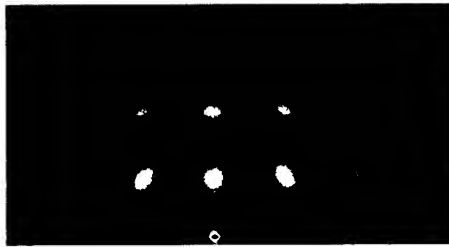


fig. 2 RHEED

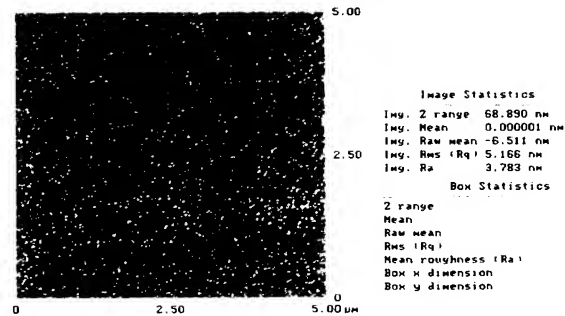
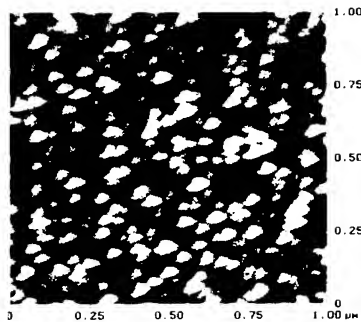


fig. 3 AFM

## 2-2 スパッタリング条件

条件を table 1 に示す。

sample No.	基板	成長温度	スパッタ電力	スパッタ時間	膜厚
47	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (100)/Si (100)	560 °C	22W	20min	200 Å
49	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (100)/Si (100)	600 °C	22W	20min	200 Å
50	sapphire (R 面)	600 °C	22W	20min	200 Å
51	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (100)/Si (100)	610 °C	22W	20min	200 Å
53	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (100)/Si (100)	600 °C	22W	60min	600 Å

table.1 スパッタ条件

## 2-3 実験結果

fig. 4 に XRD の結果を fig. 5 ,fig. 6 ,fig. 7 にそれぞれ Sample 49,50,51 の RHEED を示す。

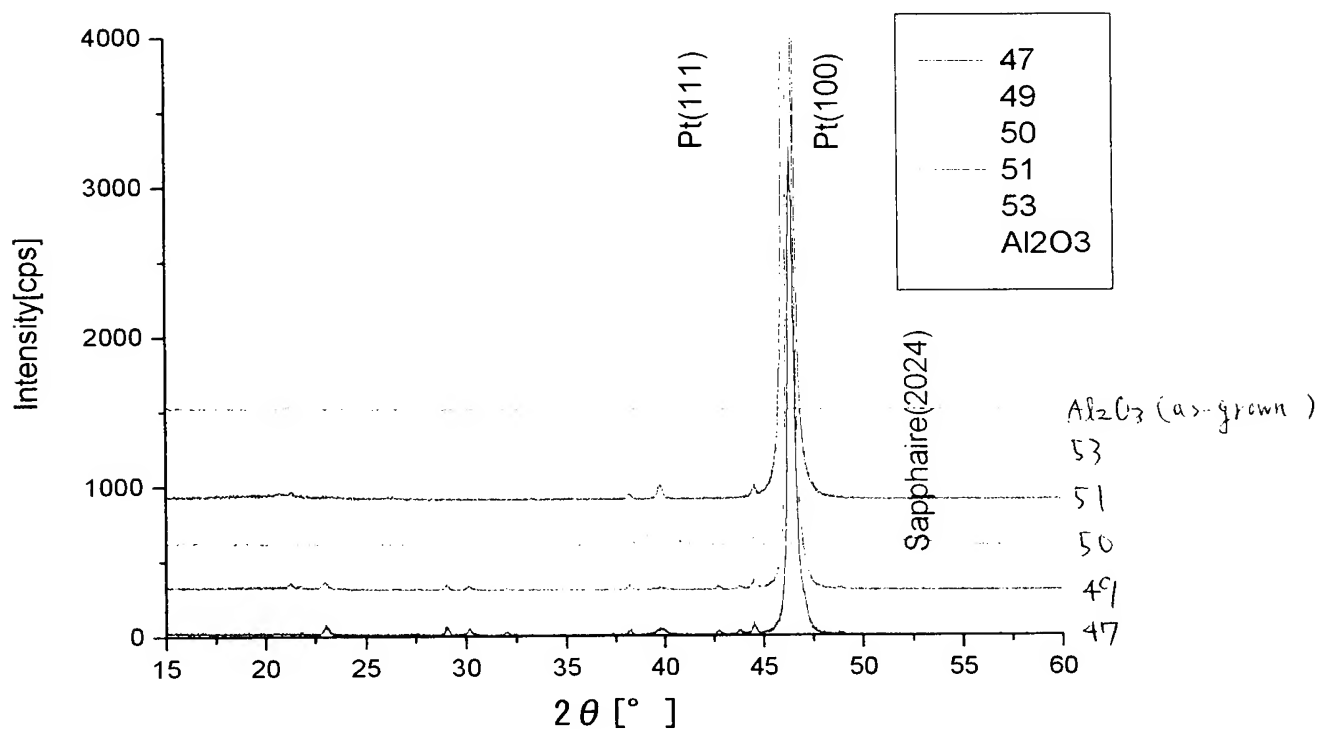


fig. 4 XRD

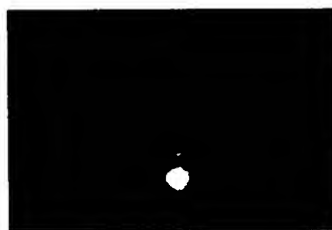
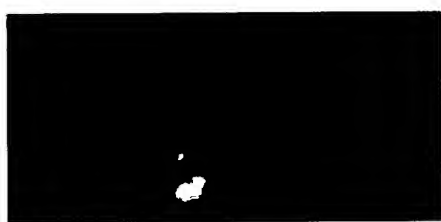


fig. 5 RHEED sample No.49

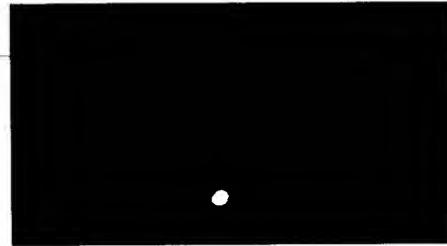
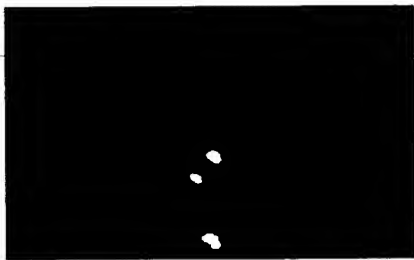


fig. 6 RHEED sample No.50

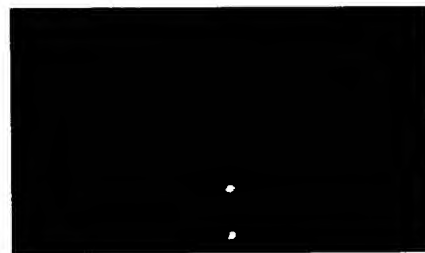
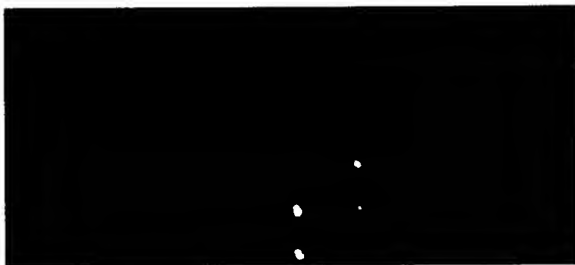
 $Pt(111) / \text{Sapp}(111)$ 


fig. 7 RHEED sample No.51

 $Pt(100) / \gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 

### 3.考察

#### • sample No.47

560 °Cでの成長では、Pt は(100)強く出るものの Pt(111)のピークも見られるため、エピタキシャル成長をしていないと思われる。

#### • Sample No.49

RHEED でほぼ完璧な spot が観測でき、RHEED では Pt(100)のみのピークが強く観測された。このことより、600 °Cでスパッタリングを行うことにより、エピタキシャル  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (100) 上に Pt(100)をエピタキシャル成長が可能である。

#### • Sample No.50

同条件で Sapphire (R)には Pt(111)がエピタキシャル成長が可能である。

#### • sample No.51

Sample No.49 とほぼ同じ成長条件であるが、RHEED では少し ring がかった spot となり、XRD でも相対強度がかなり低いものの Pt(111)のピークが観測された。考えられる原因として、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  の膜質、スパッタ電力の誤差、到達真空度の違いなどが考えられるが、基板として使用される  $\text{Al}_2\text{O}_3$  の膜質が最も有力と考え、今後  $\text{Al}_2\text{O}_3$  の膜質による Pt の成長の違いを検討していく。

#### • sample No.53

成長時間を 60min とし膜圧を厚く積むと、わずかながら Pt(111)のピークが出てくることがわかる。実際に必要な膜圧は 1000 Å 程度なので、膜圧に対する評価も重要であると考え。スパッタ電力を落とす、温度を上げるなどの方法により、Pt の結晶性を保ちつつ厚く積む条件を出していく。

Pt(100) 上に PZT が c 軸配向するという報告があるため、自発分極により分極処理をしなくても焦電効果が期待できる。

圧電効果

fig. 10 Pt(111) は?  
Pt(100) の AFM  
PEM

1/1/1

(2008年 7月 7日 9時35分)

MADOKA INT'L P.O. *prt Meeting program in 2007* No. 9860 P. 3

平成14年度 特別実験報告会プログラム(電気・電子) ←

日時:平成14年

会場:A2-201

時間:発表5分+質疑2分

9:00~← Date:

(学生用)

(Professor)

座長	時間	番号	氏名	指導教官
A 井上	9:00	1 013301	相幸田京平	井上・内田
	07	2 013302	青柳 美弘	長尾・穂積
	14	3 013303	阿部 典子	長尾・穂積
	21	4 013304	荒井 賢	榊原・滝川
	28	5 013305	池田 毅	米津
	35	6 013306	石井 徹	太田・中村
	42	7 013307	石橋 貴英	太田・中村
	49	8 991007	伊藤 進二	榊原・滝川
B 恩田	10:00	9 013308	伊藤 信之	恩田・乾
	07	10 013309	伊藤 幹記	石田・澤田
	14	11 991016	今泉 豊博	榊原・滝川
	21	12 013310	今西 友晴	吉田・若原
	28	13 013311	遠藤 泰祐	吉田・若原
	35	14 991026	大庭 貴弘	恩田・乾
	42	15 013312	小幡 直久	井上・内田
	49	16 013313	勝俣 貴司	榊原・滝川
C 榊原	11:00	17 013314	北村 真一	榊原・滝川
	07	18 013315	木村 啓人	太田・中村
	14	19 013316	日下 崇々	米津
	21	20 991041	藏ヶ崎 靖久	長尾・穂積
	28	21 013317	郡 央任	恩田・乾
	35	22 013318	小賀 一史	恩田・乾
	42	23 013319	小堀 紀康	朴
	49	24 013320	小玉 剛史	井上・内田
昼 食				
D 吉田	12:30	25 013321	小林 大祐	井上・内田
	37	26 991048	坂上 剛	吉田・若原
	44	27 013323	櫻野 勝之	石田・澤田
	51	28 013324	佐藤 賢	恩田・乾
	58	29 013325	正地 亮介	服部
	13:05	30 013326	重久 慶	吉田・若原
	12	31 013328	末松 武志	長尾・穂積
	19	32 013329	鈴木 弘和	服部

座長	時間	番号	氏名	指導教官
E 石田	13:30	33 013330	鈴木 良	井上・内田
	37	34 013331	高谷 尚季	服部
	44	35 013332	高梨 全史	石田・澤田
	51	36 013333	竹井 邦晴	石田・澤田
	58	37 013334	田中 友之	長尾・穂積
	14:05	38 013335	田畑 洋	榊原・滝川
	12	39 991067	丹田 喜雄	石田・澤田
	19	40 013337	中島 壮平	太田・中村
F 長尾	14:30	41 013338	中前 哲夫	長尾・穂積
	37	42 013339	中山 正人	恩田・乾
	44	43 013340	長田福太郎	太田・中村
	51	44 013341	沼田 和俊	朴
	58	45 991082	服部紀公士	恩田・乾
	15:04	46 013342	橋本 隆司	石田・澤田
	12	47 013343	花村 大樹	長尾・穂積
	19	48 991084	濱 啓介	朴
G 太田	15:30	49 013344	平林 京介	石田・澤田
	37	50 013346	藤盛 敬雄	吉田・若原
	44	51 013347	藤原 徹也	吉田・若原
	51	52 013348	前川 愛香	太田・中村
	58	53 013349	丸山 結城	石田・澤田
	16:04	54 013350	三須 智彦	太田・中村
	12	55 991096	南澤 伸司	榊原・滝川
	19	56 991098	望月 洋志	長尾・穂積
H 米津	16:30	57 013351	森田 秀郎	米津
	37	58 991104	吉川 洋一	米津
	44	59 013352	渡瀬 祐樹	恩田・乾
	51	60 991003	ANIS	榊原・滝川
	58	61 013322	SAIFUL AID	朴
	17:04	62 013336	TRAN HA	石田・澤田
	12	63 981305	内山 典洋	井上・内田
	19	64 981306	金田麻洋子	服部
I 服部	17:30	65 003110	桐原 和成	服部
	37	66 003119	黒木 俊作	服部
	44	67 981311	中島 清浩	太田・中村
	51	68 013408	柏木 一仁(4期)	井上・内田

No.49 (013344) Keisuke HIRABAYASHI

## 1. 「特別実験報告書概要」提出要領

提出物:「報告書概要」の原稿。ただし、「報告書概要」の下方欄外及び「報告会感想」の上部欄外における系は発表する際の系を記入し、学籍が他系所属の学生も発表する系にすること。また、発表番号も記入すること。

提出締切:12月16日(月)17:00厳守

提出場所:C棟5階3・4系事務室

## 2. 特別実験報告会

(1)「特別実験報告会感想用紙」は発表当日持参し、記入後、教室の後ろの箱に入れる。

(2)「発表番号1」の者は、発表前に5階事務室から「OHP」「指示棒」「ベル」「タイマー」「感想を入れる箱」「プロジェクター」「切換器」及び「ケーブル」を取りにきて会場に準備する。また、発表番号が最後の者は終了後5F事務室に返却する。

---

**Partial Translation of Paper 1****Research Report Meeting program in 2002**

Date: (Fri) 9:00 A.M.~

Place: A2-201

Time: 5 minutes for report + 2 minutes for Q&A

---

Time	No.	Name	Professor
15:30	49	013344 Keisuke HIRABAYASHI	ISHIDA, SAWADA

---

Partial Translation of Paper 2

Research Report Summary in

Program: Electrical & Electronic Engineering

Matriculation No.: 013344

Name: Keisuke HIRABAYASHI

Course: Electronic Device Course

Professor: Makoto ISHIDA, Kazuaki SAWADA

Title: Deposition of Epitaxial Pt Thin Films on  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (001)/Si(001) substrates

---

Presentation No.: 49



(2008年 7月 7日 9時35分)

MADOKA INT'L P.O. port Meeting program in 2007 No. 9860 P. 3

## 平成14年度 特別実験報告会プログラム(電気・電子) ←

日時:平成14年12月20日(金)9:00~ Date: 20 December 2002

会場:A2-201

時間:発表5分+質疑2分

座長	時間	番号	氏名	指導教官
A 井上	9:00	1 013301	相羊田 京平	井上・内田
	07	2 013302	青柳 美弘	長尾・穂積
	14	3 013303	阿部 典子	長尾・穂積
	21	4 013304	荒井 賢	榊原・滝川
	28	5 013305	池田 毅	米津
	35	6 013306	石井 徹	太田・中村
	42	7 013307	石橋 貴英	太田・中村
	49	8 991007	伊藤 進二	榊原・滝川
B 恩田	10:00	9 013308	伊藤 信之	恩田・乾
	07	10 013309	伊藤 幹記	石田・澤田
	14	11 991016	今泉 豊博	榊原・滝川
	21	12 013310	今西 友晴	吉田・若原
	28	13 013311	遠藤 泰祐	吉田・若原
	35	14 991028	大庭 貴弘	恩田・乾
	42	15 013312	小幡 直久	井上・内田
	49	16 013313	勝俣 貴司	榊原・滝川
C 榊原	11:00	17 013314	北村 真一	榊原・滝川
	07	18 013315	木村 啓人	太田・中村
	14	19 013316	日下 泰々	米津
	21	20 991041	蔵ヶ崎 靖久	長尾・穂積
	28	21 013317	郡 央任	恩田・乾
	35	22 013318	小賀 一史	恩田・乾
	42	23 013319	小塩 紀康	朴
	49	24 013320	小玉 剛史	井上・内田
昼 食				
D 吉田	12:30	25 013321	小林 大祐	井上・内田
	37	26 991048	坂上 剛	吉田・若原
	44	27 013323	櫻野 勝之	石田・澤田
	51	28 013324	佐藤 賢	恩田・乾
	58	29 013325	正地 亮介	服部
	13:05	30 013326	重久 慶	吉田・若原
	12	31 013328	末松 武志	長尾・穂積
	19	32 013329	鈴木 弘和	服部

座長	時間	番号	氏名	指導教官
E 石田	13:30	33 013330	鈴木 良	井上・内田
	37	34 013331	高谷 尚季	服部
	44	35 013332	高梨 全史	石田・澤田
	51	36 013333	竹井 邦晴	石田・澤田
	58	37 013334	田中 友之	長尾・穂積
	14:05	38 013335	田畑 洋	榊原・滝川
	12	39 991067	丹田 喜雄	石田・澤田
	19	40 013337	中島 壮平	太田・中村
F 長尾	14:30	41 013338	中前 哲夫	長尾・穂積
	37	42 013339	中山 正人	恩田・乾
	44	43 013340	長田福太郎	太田・中村
	51	44 013341	沼田 和俊	朴
	58	45 991082	服部紀公士	恩田・乾
	15:04	46 013342	橋本 隆司	石田・澤田
	12	47 013343	花村 大樹	長尾・穂積
	19	48 991084	渡 啓介	朴
G 太田	15:30	49 013344	平林 京介	石田・澤田
	37	50 013346	藤盛 敬雄	吉田・若原
	44	51 013347	藤原 徹也	吉田・若原
	51	52 013348	前川 愛香	太田・中村
	58	53 013349	丸山 結城	石田・澤田
	16:04	54 013350	三須 智彦	太田・中村
	12	55 991096	南澤 伸司	榊原・滝川
	19	56 991098	望月 洋志	長尾・穂積
H 米津	16:30	57 013351	森田 秀郎	米津
	37	58 991104	吉川 洋一	米津
	44	59 013352	渡瀬 祐樹	恩田・乾
	51	60 991003	ANIS	榊原・滝川
	58	61 013322	SAIFUL AID	朴
	17:04	62 013336	TRAN HA	石田・澤田
	12	63 981305	内山 典洋	井上・内田
	19	64 981306	金田麻洋子	服部
I 服部	17:30	65 003110	桐原 和成	服部
	37	66 003118	黒木 俊作	服部
	44	67 981311	中島 清浩	太田・中村
	51	68 013408	柏木 一仁(4期)	井上・内田

No.49 (013344) Keisuke HIRABAYASHI

## 1. 「特別実験報告書概要」提出要領

提出物:「報告書概要」の原稿。ただし、「報告書概要」の下方欄外及び「報告会感想」の上部欄外における系は発表する際の系を記入し、学籍が他系所属の学生も発表する系にすること。また、発表番号も記入すること。

提出締切:12月16日(月)17:00厳守

提出場所:C棟5階3・4系事務室

## 2. 特別実験報告会

(1)「特別実験報告会感想用紙」は発表当日持参し、記入後、教室の後ろの箱に入れる。

(2)「発表番号1」の者は、発表前に5階事務室から「OHP」「指示棒」「ベル」「タイマー」「感想を入れる箱」「プロジェクター」「切換器」及び「ケーブル」を取りにきて会場に準備する。また、発表番号が最後の者は終了後5F事務室に返却する。

Research Report Summary in  
平成 14 年度 特別実験報告書概要

課程・学籍番号・氏名	課程：電気・電子工学課程・学籍番号：013344	氏名：平林 京介 Name Keisuke HIRABAYASHI
大講座名：電子デバイス大講座	指導教官名：石田 誠 澤田 和明 Professor Makoto ISHIDA Kazuaki SAWADA	
題目 和 $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (001) 上へのエピタキシャル Pt 薄膜形成 (Title) (英) Deposition of Epitaxial Pt Thin Films on $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (001)/Si(001) substrates		
Abstract Piezoelectric materials, especially lead zirconium titanate (PZT), have found widespread use as ultrasonic sensor. Those sensors with Metal Ferroelectric Metal Insulator Semiconductor (MFMS) structures are very attractive for integration of sensors and circuits, miniaturization and increased sensitivity. In our laboratory, epitaxial $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (001) thin film on Si(001) substrates have been proposed as an insulator of the MFMS structure. (001)-oriented PZT films, larger piezoelectricity than other oriented films. To fabricate such PZT films, the crystallinity of the insulator and bottom metal layer are very important. However, (001)-oriented Pt film have not been obtained on the $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (001)/Si(001) substrates. In this work, we deposited epitaxial Pt(001) films on $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (001) by an RF-sputtering system (ANELVA L-210H) at various substrates temperatures. The sputtering was done at a 2Pa Ar gas, and RF power of 22W. Substrates temperatures ranged from room temperature to 600°C, which was achieved with handmade Ta heater. A reflection high energy electron diffraction pattern from a Pt film deposited at 600°C on $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (001) showed a spot pattern with indicating the presence (001)-oriented films. XRD patterns also show that Pt(001) film is formed. However, Pt films deposited at lower temperature are not (001) oriented because (001) and (111) peaks are observed. These results show that single crystalline Pt(001) film can be epitaxially grown on $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (100). These Pt films will be used as substrates for epitaxial growth of PZT films.		
概要 (Abstract) 『はじめに』 現在、Pb(Zr,Ti)O <sub>3</sub> (PZT)などの強誘電体薄膜を用いた MFMS (Metal Ferroelectric Metal Insulator Semiconductor) 構造の超音波センサが、小型化、アレイ化、センサ部と信号処理部の一体化の面から注目されている。我々の研究室では MFMS 構造の絶縁膜部分に Si 基板上にエピタキシャル成長させた $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (001)を提案している。これまで、MFMS 構造のデバイスを作製し評価することにより、Pt 下部電極との密着性、Pt との界面反応などの点から $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> の有用性を示してきた。しかし、現在のところ Pt 及び PZT の配向制御には至っていない。ペロブスカイト構造を持つ PZT は(001)配向させることにより強い強誘電性を示すためセンサの高感度化が期待できる。そこで、本研究では $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (001)上への Pt(001)薄膜の形成を目的として実験を行った。 『実験方法』 スパッタにはANELVA製 L-210H を使用した。基板温度を上げるためにサンプルステージに設置可能な Ta ヒーターを作製した。基板には、p 型 Si(001)上に Cold-wall 型の CVD 装置によって成長させた $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (001) および Sapphire(R 面)を使用した。スパッタは Ar ガス雰囲気(ガス圧 2Pa)、スパッタ電力 22W、基板温度室温～600°C の条件下で行った。 『実験結果』 図 1 に $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (001)に 600°C でスパッタした Pt の RHEED を示す。RHEED のスポット位置より、 $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (001) 上には(001)配向、Sapphire(R 面)には(111)配向の Pt 薄膜が形成されていることを確認した。図 2 に $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (001)に室温、500°C、600°C で成長させたサンプルの XRD パターンを示す。 室温でスパッタした場合、Pt のピークが弱い。これは Pt に結晶性が悪いためだと考えられる。600°C でスパッタした場合、Pt(111), Pt(002)両方のピークが観測された。結晶性が改善されてきているが、Pt(001)の配向には至っていない。600°C でスパッタした場合は Pt(002)のピークのみが強く現れ、Pt(001)膜がエピタキシャル成長していることが確認できた。以上の結果から、Pt(001)上への PZT の (001)配向制御が期待できる。		
図 1 $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (001) 上の Pt の RHEED		図 2 XRD パターン

発表する際の系を記入し、学籍が他系所属の学生も発表する系を記入すること。

3

系 / 発表番号

49

Presentation No. 49